

PCT/JP03/14509

JP03/14509

14.11.03

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

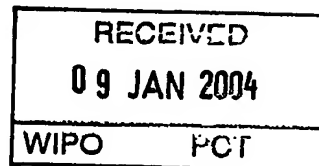
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 2月24日

出願番号
Application Number: 特願2003-046411
[ST. 10/C]: [JP2003-046411]

出願人
Applicant(s): コマツ電子金属株式会社

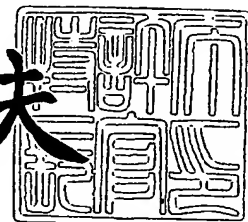


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年12月22日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2003-3105000

【書類名】 特許願
【整理番号】 AP020031
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C30B 15/00
H01L 21/208

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内

【氏名】 中村 浩三

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内

【氏名】 横山 隆

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内

【氏名】 末若 良太

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内

【氏名】 吉原 晃史

【特許出願人】

【識別番号】 000184713

【氏名又は名称】 コマツ電子金属株式会社

【代理人】

【識別番号】 100071054

【弁理士】

【氏名又は名称】 木村 高久

【代理人】

【識別番号】 100106068

【弁理士】

【氏名又は名称】 小幡 義之

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006460

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法、シリコン単結晶およびシリコン単結晶の引上げ装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 炭素の濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下とし、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整することによって、ボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) を排除した無欠陥のシリコン単結晶を製造する方法。

【請求項 2】 炭素の濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の範囲で、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整することによって、製造されてなる、ボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) が排除された無欠陥のシリコン単結晶。

【請求項 3】 上方よりキャリアガスが供給され下方より排気される単結晶引上げ用チャンバと、前記単結晶引上げ用チャンバ内に設けられ、原料が供給されて原料を熔融するつぼと、前記つぼの上方に配置されキャリアガスを前記つぼ内の融液表面に導く熱遮蔽体とが備えられ、前記つぼ内の融液からシリコン単結晶を引き上げるようにしたシリコン単結晶の引上げ装置において、

前記熱遮蔽体を、昇降自在とし、

引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下となる位置に、前記熱遮蔽体を位置決めするとともに、

引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) が排除されるように、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整しつつ、シリコン単結晶を引き上げること

を特徴とするシリコン単結晶の引上げ装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はシリコン単結晶の製造方法およびシリコン単結晶に関し、特に、ボイ

ド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）が排除された無欠陥のシリコン単結晶を製造する方法およびこの製造方法によって製造された無欠陥のシリコン単結晶並びに上記無欠陥のシリコン単結晶を引き上げる装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

シリコン結晶はCZ（チョクラルスキー法）によって引上げ成長されることによって製造される。しかしこの結晶成長の過程でグローイン（Grown-in）欠陥（結晶成長時導入欠陥）と呼ばれる結晶欠陥が発生する。

【0003】

近年、半導体回路の高集積化、微細化の進展に伴い、シリコンウェーハのうちデバイスが作成される表層近くには、こうしたグローイン欠陥が存在することが許されなくなっている。このため無欠陥結晶の製造の可能性が検討されている。デバイスの特性を劣化させる結晶欠陥は、以下の3種類の欠陥である。

【0004】

a) 空孔が凝集して生じるボイド欠陥（空洞）。

【0005】

b) OSF（酸化誘起積層欠陥, Oxidation Induced Stacking Fault）

c) 格子間シリコンが凝集して生じる転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥、I-defect）。

【0006】

無欠陥のシリコン単結晶とは、上記3種の欠陥のいずれも含まないか、実質的に含まない結晶として認識ないしは定義されている。

【0007】

上記3種の欠陥の発生挙動は成長条件によって以下のように変化することが知られている。成長条件はV/G（V：成長速度、G：結晶の軸方向温度勾配）であり、Gを固定とすれば成長速度Vによって空孔型点欠陥が変化する。

【0008】

i) 成長速度Vが速い場合には、シリコン結晶は空孔型点欠陥が過剰となり、ボ

イド欠陥のみが発生する。

【0009】

i i) 成長速度 V を減じると、シリコン結晶の外周付近にリング状に OSF (R-OSF) が発生し、R-OSF 部の内側にボイド欠陥が存在する構造となる。

【0010】

i i i) 成長速度 V を更に減じると、リング状の OSF (R-OSF) の半径は減少し、リング状 OSF 部の外側に欠陥が存在しない領域が、その外側には転位ループクラスタが生じ、R-OSF 部の内側にボイド欠陥が存在する構造となる。

【0011】

i V) さらに成長速度 V を減じると、R-OSF 部は消滅し、シリコン結晶全体に転位ループクラスタが存在する構造となる。

【0012】

上述した現象が起こるのは成長速度 V の減少に伴いシリコン結晶が空孔型点欠陥過剰な状態（空孔過剰状態）から格子間シリコン型点欠陥過剰な状態（格子間シリコン過剰状態）へと変化するためであると考えられており、その変化はシリコン結晶の外周部から始まると理解されている。

【0013】

したがって、デバイス回路が作成される表層付近においてグローイン欠陥を含まないシリコンウェーハを得るために、従来より、「結晶の成長条件を制御して、無欠陥の単結晶インゴットを製造する」という手法が試みられ、下記に示すように特許公報により公知となっている。

【0014】

【従来技術 1】

後掲する特許文献 1 には、「結晶の成長条件を制御して、無欠陥の単結晶インゴットを製造する」という上記 1) の方法が開示されている。すなわち結晶中の空孔や格子間シリコンが過剰とならないように成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を制御して、欠陥を含まない結晶を製造するという発明が記載されている。

【0015】

すなわちこの特許文献1には、R-O-S-F部と転位ループクラスタ発生領域との間に無欠陥（3種の欠陥のいずれも含まない）領域が存在することが記載されている。無欠陥領域は、空孔過剰状態から格子間シリコン過剰状態への遷移領域に対応し、いずれの欠陥も発生し得る過剰量に達していないニュートラル状態に対応する。そこで、結晶の引上げ速度を V (mm/min) とし、シリコンの融点から 1300°C の間の軸方向の結晶内の温度分布の平均を G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) としたとき、これらの比 V/G が $0.20 \sim 0.22 \text{ mm}^2/^{\circ}\text{Cmin}$ となるように制御して結晶を引き上げれば、上述したニュートラルな状態を結晶全体において実現できるとしている。

【0016】

ここで、上記条件に従えば、 G が半径方向に均一であるとする、例えば $G = 3.0^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ のとき、引上げ速度 V を、 $0.63 \pm 0.03 \text{ mm/min}$ にコントロールすればよいことになる。この制御を実現するのは工業的に不可能なことではない。

【0017】

しかし、これは原理上の引上げ速度 V の最大許容幅を意味するに過ぎない。その理由は、通常、 G は半径方向に一様ではないからである。 G が変化することを想定すると引上げ速度 V の許容幅は著しく減少し、 G の半径方向での変化が10%に達したとき、引上げ速度 V の許容幅はゼロとなる。このことは、 G の僅かな均一性の低下でも引上げ速度 V の変化は許容されず上記範囲内に成長条件 V/G を収めることは非常に困難であることを意味する。また V/G は結晶成長中において動的に変化する。このため成長条件 V/G を許容幅内に収める制御が難しく、無欠陥の結晶の取得率が悪くなり、結晶の製造コストが高コストとなる。したがって実質的には、無欠陥結晶を工業的に安定して製造することは不可能である。

【0018】

【従来技術2】

後掲する特許文献2では、上述したニュートラルな無欠陥領域にも、空孔の優

位な無欠陥領域と格子間シリコンが優位な無欠陥領域の2種類があることに着目し、格子間シリコン優位な無欠陥結晶の製造方法を提案している。特許文献2では、Gの結晶の半径方向での変化が、 G_{\max} を最大値、 G_{\min} を最小値として $(G_{\max} - G_{\min}) / G_{\min} < 20\%$ の範囲内に収まる成長条件であれば、無欠陥結晶が引き上げられるとしているが、この成長条件も実質的には許容幅が狭く、上述した従来技術1と同様に実質的には無欠陥結晶の工業的な製造は不可能であると考えられる。

【0019】

【従来技術3】

後掲する特許文献3では、上述したニュートラルな無欠陥領域を結晶全体にわたり実現するために、固液界面の形状を平滑な状態、つまり固液界面の各部の高さを平均高さの $\pm 5\text{ mm}$ 以内に収めるように結晶を引き上げることを提案している。また平滑な形状の固液界面を得るには、融液への磁場印加が有効であり、特に水平磁場2000ガウス以上であればよいとしている。固液界面の形状をこのように平滑にすることによって、Gが均一となり、結晶の端部におけるGを G_{edge} 、結晶の中央におけるGを G_{center} とすると、 $G_{\text{edge}} - G_{\text{center}} < 0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ というGが一定の均一範囲内に収まり、無欠陥結晶が得られるとしている。

【0020】

しかし固液界面を平滑にすることが直ちにGが均一になることを意味するわけではなく、固液界面を平滑に制御することで無欠陥結晶を工業的に製造することは不可能であると考えられる。

【0021】

【従来技術4】

後掲する特許文献4では、上述したニュートラルな無欠陥領域を結晶全体にわたり実現するために、 V/G が $0.16 \sim 0.18\text{ mm}^2/^\circ\text{C}_{\min}$ となり、かつ $G_{\text{edge}}/G_{\text{center}} < 1.10$ となるように制御して結晶を引き上げることを提案している。

【0022】

しかし、この成長条件も実質的には許容幅が狭く、無欠陥の結晶の取得率が悪く、高コストになるおそれがある。

【0023】

【従来技術 5】

後掲する本発明者らに係る特許文献 5 では、固液界面の結晶中心における高さ
と結晶の周辺位置における高さとの差と、固液界面近傍での結晶外周部の軸方向
温度勾配という 2 つの指標を調整することによって無欠陥の結晶を製造すること
を提案している。この特許文献 5 によって、従来まちまちな指標で示されてきた
無欠陥結晶の育成条件が上記 2 つの指標により統一的に整理され、また無欠陥結
晶を最も容易に育成できる成長条件を見いだすことが可能になった。

【0024】

しかし最適な育成条件においても成長条件 V/G の許容幅は狭いということも
明らかにしている。その狭い許容幅の範囲に成長条件 V/G を制御することは不
可能ではないが、無欠陥の結晶の取得率が悪く高コストとなることは避けられな
い。

【0025】

以上のように上述した従来技術 1～5 のいずれも、無欠陥の結晶を得るために
、成長速度 V と固液界面近傍の軸方向温度勾配 G との比 V/G を極めて狭い許容
幅内で制御するというものであり、結晶成長中に V/G が動的に変化することも
あいまって、制御が困難で、無欠陥の結晶の取得率は悪く、結晶の製造コストは
高コストになり、実質的に無欠陥のシリコン単結晶を工業的に安定して製造する
ことは不可能であった。

【0026】

一方において、多結晶シリコン原料を溶融している工程で、炭素が融液に取り
込まれ、引上げられるシリコン単結晶中の炭素濃度が増加するという問題が従来
より指摘されている。シリコン単結晶中の炭素濃度が高濃度になると、それによ
って製造される半導体デバイスの電気的特性に悪影響を与えるとともに、結晶欠
陥の原因にもなる。

【0027】

CZ法で育成されるシリコン単結晶中に炭素が含まれる主要な原因はつぎの2つであると考えられている。

【0028】

1) 図5に示すように石英るつぼ3aとこれを覆い保持する黒鉛るつぼ3bとの反応によってCOガス12が生じ、COガス12がシリコン融液5に接触することで炭素が融液5に供給される。

【0029】

2) 高温に加熱されたCZ炉2内のヒータ9等の黒鉛部材と雰囲気中の微量な酸素との反応によってCOガス12が生じ、COガス12がシリコン融液5に接触することによって炭素が融液5に供給される。

【0030】

CZ炉2内の部材には、ヒータ9等の黒鉛部材が多用されており、これら黒鉛部材は高温に晒されている。このためCZ炉2内でのCOガス12の発生は避けられない。この結果引き上げられるシリコン単結晶中にはある程度の量の炭素が含まれることになる。シリコンウェーハを熱処理したときに生じる酸素析出物の密度は、炭素濃度に依存して増加することが知られている。炭素濃度が $1 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ を上回ると、上述した炭素濃度依存の効果が顕著となるため、従来よりシリコン単結晶中の炭素濃度を $1 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下に制御する方法が提案されている。また近年、より精密な酸素析出制御が要求されるようになってきているため、さらに低炭素化するための技術が提案されている。

【0031】

シリコン単結晶中の炭素濃度を低減することに関する従来技術として以下に示すものがある。

【0032】

【従来技術6】

後掲する特許文献6には、黒鉛部材からなるるつぼ3b、ヒータ9、シールド(熱遮蔽体8)等にSiC(シリコンカーバイド)を被覆することによってCOガス12の発生を防止して、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるという技術が記載されている。

【0033】

【従来技術 7】

後掲する特許文献 7、8、9、10、11 には、CZ 炉 2 内にパージチューブを設けてアルゴンガス 7 の流量を増やして、CO ガス 12 を融液 5 に向かわせることなく効率的に CZ 炉 2 の外に排気する技術が記載されている。

【0034】

すなわち、CZ 炉 2 内にパージチューブを新設することによって、黒鉛部材からなるるつぼ 3b、ヒータ 9 等から発生する CO ガス 12 がシリコン融液 5 側に流れて触れることを、パージガスの流れにより有効に防止して、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるというものである。

【0035】

【従来技術 8】

構成する特許文献 12 には、CZ 炉 2 内に「るつぼ頂部隔壁手段」を新設して、これにより最も黒鉛部材が高温となり CO ガス 12 の発生が甚だしい原料シリコンの溶融工程において、炉内雰囲気と、原料が収容されたるるつぼ 3a 内の雰囲気とを遮蔽して、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるという技術が記載されている。

【0036】

【従来技術 9】

後掲する特許文献 13、14 には、CZ 炉 2 内の黒鉛部材を、SiC、TiC、NbC、TaC、ZrC、BN のいずれかで被覆するとともに、CO ガス 12 を排気する専用の通路、排出口を新設して、これによりパージガスの流れを制御し、黒鉛部材からなるるつぼ 3b、ヒータ 9 等から発生する CO ガス 12 がシリコン融液 5 側に流れて触れることを防止し、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させるという技術が記載されている。また、この装置構成により、炭素濃度が $1 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ にまで低減できると記載されている。

【0037】

しかし、上述した従来技術 6～9 のいずれも、CZ 炉の部材を新たに被覆したり、パージチューブ、通路、排出口、「るつぼ頂部隔壁手段」を新設したりする

必要があり、CZ炉を製造するにあたり製造工数が増加するとともに、部品点数が増加して、高コスト化を招く。

【0038】**【従来技術10】**

なお後掲する非特許文献1には、シリコン単結晶中の炭素濃度が高いほど格子間シリコンに関連する欠陥（B欠陥という）の発生が促進されると記載されている。

【0039】

しかし、B欠陥の実体およびB欠陥と転位クラスタ（A欠陥と呼ばれることがある）との関係は、現在も明らかになっていない。また炭素濃度と転位クラスタとの関係についても記載されていない。

【0040】**【特許文献1】**

特開平8-3303161号公報

【特許文献2】

特開平11-199387号公報

【特許文献3】

特開平11-79889号公報

【特許文献4】

特開2000-159594号公報

【特許文献5】

特開2001-261495号公報

【特許文献6】

特開昭53-45679号公報

【特許文献7】

特開昭54-119375号公報

【特許文献8】

特開昭56-21758号公報

【特許文献9】

特開昭 63-319288 号公報

【特許文献 10】

特開平 2-172884 号公報

【特許文献 11】

特開平 6-16490 号公報

【特許文献 12】

特開平 6-56572 号公報

【特許文献 13】

特開平 5-319976 号公報

【特許文献 14】

特開平 7-89789 号公報

【非特許文献 1】

A.J.R.de kock and W.M.van de Wijgert, Journal of Crystal Growth vol.49(1980)718

【発明が解決しようとする課題】

第 1 発明は、上述した従来技術 1～5 の問題点を解決すべくなされたものであり、無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅を拡大して、たとえ結晶成長中に V/G が動的に変化したとしても、成長条件 V/G の制御を容易ならしめ、無欠陥の結晶の取得率を向上させて、結晶の製造コストを低減して、無欠陥のシリコン単結晶を工業的に容易かつ安定して製造することを可能にすることを、第 1 の解決課題とするものである。

【0041】

また第 2 発明は、上記第 1 の解決課題を達成することに加えて、上述した従来技術 6～9 の問題点を解決すべくなされたものであり、CZ 炉の部材を被覆したり新たに部材を新設することなく既存の部材を有効に利用することによって、低炭素化を図るようにして、引上げ装置の製造コストを低減することを第 2 の解決課題とするものである。

【0042】

【課題を解決するための手段、作用および効果】

第1発明は、第1の解決課題を達成するための製造方法であり、

炭素の濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下とし、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整することによって、ボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) を排除した無欠陥のシリコン単結晶を製造する方法であることを特徴とする。

【0043】

第2発明は、第1の解決課題を達成するためのシリコン単結晶であり、

炭素の濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の範囲で、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整することによって、製造されてなる、ボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) が排除された無欠陥のシリコン単結晶であることを特徴とする。

【0044】

第3発明は、第2の解決課題を達成するためのシリコン単結晶引上げ装置であり、

上方よりキャリアガスが供給され下方より排気される単結晶引上げ用チャンバと、前記単結晶引上げ用チャンバ内に設けられ、原料が供給されて原料を熔融するつぼと、前記つぼの上方に配置されキャリアガスを前記つぼ内の融液表面に導く熱遮蔽体が備えられ、前記つぼ内の融液からシリコン単結晶を引き上げるようにしたシリコン単結晶の引上げ装置において、

前記熱遮蔽体を、昇降自在とし、

引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下となる位置に、前記熱遮蔽体を位置決めするとともに、

引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) が排除されるように、成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) を調整しつつ、シリコン単結晶を引き上げること

を特徴とする。

【0045】

本発明の知見は、シリコン単結晶に含まれる炭素濃度を従来のレベルの濃度よりも低下させると、転位クラスタの発生が抑制されることを見いだした点と、ある一定レベル以下に低減すると転位クラスタの発生が急激に抑制され無欠陥結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が急激に拡大される点を見いだした点にある。

【0046】

上記従来技術 10 との関連でいえば、従来技術 10 には B 欠陥の発生が炭素濃度に依存する点のみが示唆されているが、本発明の知見は、B 欠陥が転位クラスタ発生の前駆体であり、シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させることで B 欠陥の発生が抑制されこれにより転位クラスタの発生が抑制されて、無欠陥結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が拡大されることを見いだした点にある。

【0047】

本発明は図 1 に示される。図 1 の横軸はシリコン単結晶中の炭素濃度 (atoms/cm^3) であり、縦軸は炭素無添加結晶における V/G の臨界値 (V/G) 0 で規格化した成長条件 V/G を示す。

【0048】

同図 1 に示すようにシリコン単結晶中の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下になると、無欠陥で結晶を製造できる範囲（無欠陥領域）が急激に拡大することがわかる。それによって縦軸の無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が拡大されることになり、たとえ結晶成長中に V/G が動的に変化したとしても、成長条件 V/G の制御が容易となり、無欠陥の結晶の取得率が向上し、結晶の製造コストが低減する。この結果、無欠陥のシリコン単結晶を工業的に容易かつ安定して製造することが可能になる。シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させる手段、手法は、上述した従来技術 6～9 を適用してもよく、本明細書に開示された技術を適用してもよい。

【0049】

特に第 3 発明では、図 8 に示すように、CZ 炉 2 に既存の熱遮蔽体 8 を利用して炭素濃度の低減が図られる。

【0050】

すなわち熱遮蔽体 8 が、その上端が C Z 炉 2 の内壁に接触する位置 A に位置される。

【0051】

熱遮蔽体 8 が A 位置に位置決めされると、アルゴンガス 7 が CO ガス 12 とともに、熱遮蔽体 8 の外側から熱遮蔽体 8 の上端、内側を介して融液 5 に向かう流れ、つまり熱遮蔽体 8 の回りを上下方向に回流する流れは形成されなくなる。すなわちアルゴンガス 7 は整流され、C Z 炉 2 内で生成された CO ガス 12 をのせて、C Z 炉 2 の上方から熱遮蔽体 8 の下方、ヒータ 9 と黒鉛るつぼ 3 b との間を介して C Z 炉 2 の下方より効率よく排気される。このようにアルゴンガス 7 が整流されることによって、C Z 炉 2 の上部に漂う CO ガス 12 のみならず石英るつぼ 3 a と黒鉛るつぼ 3 b との反応で発生した CO ガス 12 も下方に向かって効率よく排気されるため、溶解中に融液 5 に取り込まれる炭素の量が図 9 の場合と比較して格段に減少する。これにより、引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下まで低減することができる。

【0052】

なおアルゴンガス 7 の整流作用によってガスが効率的に排気されるため、C Z 炉 2 内のシリコンアモルファス等の不純物も炉外に効率よく排出され、炉内の汚染を従来よりも低減できるという副次的な効果も得られる。

【0053】

また熱遮蔽体 8 を C Z 炉 2 の内壁に接触させた位置 A に位置させているので、ガス流によって熱遮蔽体 8 が揺動することが抑制され、安定したガスの流れが形成される。

【0054】

引き上げの工程では、引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）が排除されるように、成長条件 V/G （ V ：成長速度、 G ：結晶の軸方向温度勾配）を調整しつつ、シリコン単結晶が引き上げられる。このとき図 1 に示すように、シリコン単結晶中の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下になっており、無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が拡大している。このため、たとえ

結晶成長中にV/Gが動的に変化したとしても、成長条件V/Gの制御を容易に行うことができる。

【0055】

第3発明によれば、単結晶引上げ装置1に既存の熱遮蔽体8を利用し、その位置決めを行うだけで、シリコン単結晶中の炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下にまで低減することができる。このため従来技術6～9と比較して、単結晶引上げ装置1自体の製造コストを減らすことができるとともに、シリコン単結晶中の炭素濃度を安定して低くすることができる。

【0056】

また本発明としては、熱遮蔽体8をCZ炉2の内壁に接触する位置Aまで上昇させ、必ずしも完全に内壁に接触させる必要はなく、図8と同様なガスの流れが実現できるのであれば、熱遮蔽体8の上端とCZ炉2の内壁とが近接(0～30mm程度)した状態になっていたとしてもよい。

【0057】

また炭素濃度を定めるパラメータには、熱遮蔽体8の位置以外にるつぼ位置C/Pがあり、るつぼ位置C/Pを変化させることで、炭素濃度を制御することができる。図13の水準④に示すように(熱遮蔽体8の位置がA、るつぼ位置C/Pが-100mm)、るつぼ位置C/Pをマイナス、つまり黒鉛るつぼ3bの上端をヒータ9の上端よりも下方に位置させることで、シリコン単結晶中の炭素濃度を更に低くすることができる。

【0058】

また炭素濃度を定めるパラメータには、熱遮蔽体8の位置以外にアルゴンガス7の流量があり、アルゴンガス7の流量を変化させることで、炭素濃度を制御することができる。アルゴンガス7の流量を増加させることで、シリコン単結晶中の炭素濃度を更に低下させることができる。

【0059】

または本発明は、溶融工程のうちゲートバルブ11が閉じられた状態のときに、図8ないしは図13(水準④)ないしは図10(水準①)で示される位置に、熱遮蔽体8、るつぼ3a、3bを位置決めすることが望ましいが、溶融工程のう

ちゲートバルブ 11 が閉じられていない状態のときに、図 8 ないしは図 13（水準④）ないしは図 10（水準①）で示される位置に、熱遮蔽体 8、るつぼ 3 a、3 b を位置決めしてもよい。さらに溶融工程以外の工程で、同様に位置決めを行うようにしてもよい。

【0060】

【発明の実施の形態】

以下図面を参照して実施形態について説明する。

【0061】

図 5 は実施形態の装置の構成を側面からみた図である。

【0062】

同図 5 に示すように、実施形態の単結晶引上げ装置 1 は、単結晶引上げ用チャンバとしての C Z 炉 2 を備えている。

【0063】

C Z 炉 2 内には、多結晶シリコンの原料を溶融して融液 5 として収容する石英るつぼ 3 a が設けられている。石英るつぼ 3 a の外側は黒鉛るつぼ 3 b によって覆われている。黒鉛るつぼ 3 b の外側にあつて側方には、石英るつぼ 3 a 内の多結晶シリコン原料を加熱して溶融するヒータ 9 が設けられている。

【0064】

ヒータ 9 と C Z 炉 2 の内壁との間には、保温筒 13 が設けられている。

【0065】

石英るつぼ 3 a の上方には図示しない引上げ機構が設けられている。溶融が安定化すると、この引上げ機構により種結晶が融液 5 に浸漬されて融液 5 からシリコン単結晶のインゴットが引き上げられる。

【0066】

C Z 炉 2 の上方には、ゲートバルブ 11 が取り付けられている。ゲートバルブ 11 が閉じられることにより炉 2 内と外気が遮断され炉 2 内を真空（たとえば 20 Torr 程度）に維持することができる。

【0067】

単結晶引上げのプロセス（1 バッチ）の間で、C Z 炉 2 内には種々の蒸発物が

発生する。そこでC Z 炉 2 にはキャリアガスとしてアルゴンガス 7 が上方より供給され図示しない下方の排気口からポンプによって排気される。これにより炉 2 内は所定の低圧に減圧されるとともに炉 2 内の不純物がアルゴンガス 7 とともに排気され炉 2 内がクリーンに保たれる。アルゴンガス 7 の供給流量は 1 バッチ中の各工程毎に設定される。

【0068】

石英るつぼ 3 a の容量には限りがあることから、引き上げられるシリコン単結晶の重量に応じて、あるいは引上げ回数に応じて、石英るつぼ 3 a 内に追いチャージやりチャージによって多結晶シリコン原料が追加供給される。石英るつぼ 3 a 内に多結晶シリコン原料を追加供給することで、石英るつぼ 1 個当たりで製造されるシリコン単結晶の量を増やすことができ、製造コストを低減させることができる。

【0069】

黒鉛るつぼ 3 b の底には回転軸 10 が固定されている。シリコン単結晶が引き上げられる際に、石英るつぼ 3 a は黒鉛るつぼ 3 b とともに回転軸 10 によって所定の回転速度で回転する。

【0070】

また回転軸 10 は鉛直方向に昇降自在であり、石英るつぼ 3 a を黒鉛るつぼ 3 b とともに上下動させて任意の位置に移動させることができる。ここでヒータ 9 の上端に対する黒鉛るつぼ 3 b の上端の相対距離を、るつぼ位置 C/P と定義する。るつぼ位置 C/P の極性は、ヒータ 9 の上端よりも黒鉛るつぼ 3 b の上端が上方に位置した場合をプラス (+) とし、ヒータ 9 の上端よりも黒鉛るつぼ 3 b の上端が下方に位置した場合をマイナス (-) とする。

【0071】

石英るつぼ 3 a の上方にあって、引き上げられるシリコン単結晶の周囲には、略逆円錐台形状の熱遮蔽体 (ガス整流筒) 8 が設けられている。熱遮蔽体 8 は、種結晶により成長されるシリコン単結晶を、石英るつぼ 3 a、黒鉛るつぼ 3 b、融液 5、ヒータ 9 などの高温部で発生する輻射熱から断熱、遮蔽するために設けられている。また熱遮蔽体 8 は、引き上げられるシリコン単結晶に、炉内で発生

した不純物（シリコンアモルファス）等が付着して、単結晶の育成を阻害することを防止する。熱遮蔽体 8 の下端と融液 5 の表面との間隙のギャップ H の大きさは、シリコン単結晶の成長条件 V/G （ V ：成長速度、 G ：結晶の軸方向温度勾配）を制御する上で重要なパラメータである。そこでギャップ H の大きさを調整するために、熱遮蔽体 8 を昇降させる昇降機構が設けられている。この昇降機構により熱遮蔽体 8 は C Z 炉 2 内で鉛直方向に昇降自在であり、熱遮蔽体 8 を上下動させて任意の位置に移動させることができる。

【0072】

図 6 は熱遮蔽体 8 を斜視的に示す。同図 6 に示すように、熱遮蔽体 8 には、上面が平坦となるようにフレーム材として吊り部 8 a が架け渡されている。この吊り部 8 a は、たとえば C. C. M（カーボン・カーボンファイバ複合材料）で構成されている。

【0073】

吊り部 8 a には吊りケーブル 14 が接続されており、吊りケーブル 14 によって熱遮蔽体 8 が吊り下げられている。吊りケーブル 14 は、たとえばタングステンで構成されている。

【0074】

図 7 は熱遮蔽体 8 を昇降させる昇降機構を示している。

【0075】

同図 7 に示すように吊りケーブル 14 は巻上ドラム 16 に巻かれている。巻上ドラム 16 は駆動モータ 16 が作動することによって回転される。駆動モータ 16 は直流の電源 21 より電気信号線 22 を介して印加される電圧（たとえば 12 V）によって作動する。電源 21 と駆動モータ 16 との間の電気信号線 22 には電流制限抵抗 20 が介在されており、駆動モータ 16 に流れる電流が制限される。

【0076】

熱遮蔽体 8、吊りケーブル 14、巻上ドラム 16 は電気信号線 22 に電氣的に接続されている。また電気信号線 22 に印加されている電圧を検出する電圧検出器 18 が設けられている。電圧検出器 18 にはリレー 19 が付設されており、こ

のリレー 19 は、電圧検出器 18 で検出される電圧が、所定のしきい値（たとえば 6 V）以下になると、付勢されて、駆動モータ 16 を停止させる。CZ 炉 2 は接地（アース）されている。

【0077】

図 5 に示すように、熱遮蔽体 8 の外径は、保温筒 13 の上端開口部に応じた大きさに形成されている。熱遮蔽体 8 が上昇しその端が CZ 炉 2 の内壁に接触したときの位置を A、熱遮蔽体 8 が位置 A よりも下降して、熱遮蔽体 8 の下部が保温筒 13 の開口部に位置したときの位置を B、熱遮蔽体 8 が位置 B よりも更に下降して、熱遮蔽体 8 の上部が保温筒 13 の開口部に位置したときの位置を C とする。

【0078】

熱遮蔽体 8 は、図 8 に示すように、CZ 炉 2 内に上方より供給されるアルゴンガス 7 を、融液 5 の表面の中央に導き、さらに融液 5 の表面を通過させて融液 5 の表面の周縁部に導く。そして、アルゴンガス 7 は、CZ 炉 2 内で生成された CO ガス 12、特に CZ 炉 2 の上部に漂う CO ガス 12 や石英るつぼ 3a と黒鉛るつぼ 3b が上端で接触する部分 D で生成された CO ガス 12 を、そのアルゴンガス 7 の流れにのせて、CZ 炉 2 の下部に設けた排気口から排出させる。

【0079】

また熱遮蔽体 8 によって融液 5 の液面上のガス流速が安定化し、融液 5 から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。

【0080】

つぎに上述した実施形態装置の動作について説明する。

【0081】

CZ 法によるプロセスは概略すると、溶融、溶融安定化、引上げ、冷却、取り出しの各工程からなる。リチャージによる方法ではこのプロセスが繰り返され複数本のシリコン単結晶が引き上げられ、1 本シリコン単結晶が引き上げられる毎に、つぎの溶融工程で多結晶シリコン原料の追加供給が行われる。追いチャージによる方法では溶融工程で初期の多結晶シリコン原料を供給して初期の分が溶融した後追加分の原料が供給される。リチャージや追いチャージが行われる際に

はゲートバルブ 11 が閉じられる。シリコン単結晶の製造のプロセス中、特に溶融工程で CO ガス 12 が融液 5 に取り込まれる易く、さらに溶融工程のうちゲートバルブ 11 が閉じられた状態で CO ガス 12 が融液 5 に特に取り込まれる易いといわれている。

【0082】

・溶融工程

溶融工程ではゲートバルブ 11 が閉じられる。そしてゲートバルブ 11 が閉じられた状態では、熱遮蔽体 8 は図 5 に示す位置 A まで上昇される。

【0083】

すなわち図 7 の昇降機構において駆動モータ 17 が作動し巻上ドラム 16 が回転する。これにより吊りケーブル 14 が上昇し熱遮蔽体 8 が上昇される。熱遮蔽体 8 が位置 A に達すると熱遮蔽体 8 の上端が CZ 炉 2 の内壁に接触する。このため熱遮蔽体 8 がアースされた状態となり、熱遮蔽体 8、吊りケーブル 14、巻上ドラム 16 を介して電気信号線 22 が接地電位となる。このため電圧検出器 18 で検出される電圧がしきい値以下となりリレー 19 が付勢され、駆動モータ 17 が停止する。このため熱遮蔽体 8 は、CZ 炉 2 の内壁に接触した位置 A で丁度停止する。

【0084】

なお熱遮蔽体 8 の吊り部 8a は、可撓性のある C. C. M で構成されているため、駆動モータ 17 がオーバーランしたときに吊りケーブル 14 の撓みを吸収することができる。

熱遮蔽体 8 が位置 A に位置されたときのガスの流れは図 8 に示される。従来にあっては熱遮蔽体 8 は図 9 に示されるように位置 B に位置されていた。以下図 9 の対比において図 8 のガスの流れについて説明する。

【0085】

図 9 に示すように、通常、溶融工程ではヒータ 9 からの熱吸収をよくするため、そして CO ガス 12 の巻き込みを抑制するために、るつば位置 C/P を、引上げ工程の位置よりも高く保っている。一方、熱遮蔽体 8 は多結晶シリコン原料の熔解の熱効率を高める観点からはなるべく低い位置（C 位置）に位置させる必要

があるが、原料や融液 5 との接触を回避するために中間の位置 B に位置させるようにしている。この状態では、アルゴンガス 7 の一部は、C Z 炉 2 内で生成された CO ガス 12 とともに、C Z 炉 2 の上方から熱遮蔽体 8 の下方、ヒータ 9 と黒鉛るつぼ 3 b との間を介して C Z 炉 2 の下方より排気されるものの、アルゴンガス 7 の一部は、CO ガス 12 とともに、熱遮蔽体 8 の外側から熱遮蔽体 8 の上端、内側を介して融液 5 に向かう流れ、つまり熱遮蔽体 8 を上下方向に回流する流れを形成する。このため CO ガス 12 が融液 5 に接触し炭素が融液 5 に取り込まれる易くなる。

【0086】

これに対して図 8 に示すように熱遮蔽体 8 を、その上端が C Z 炉 2 の内壁に接触する位置 A に位置させた場合には、アルゴンガス 7 が CO ガス 12 とともに、熱遮蔽体 8 の外側から熱遮蔽体 8 の上端、内側を介して融液 5 に向かう流れ、つまり熱遮蔽体 8 の回りを上下方向に回流する流れは形成されない。すなわちアルゴンガス 7 は整流され、C Z 炉 2 内で生成された CO ガス 12 をのせて、C Z 炉 2 の上方から熱遮蔽体 8 の下方、ヒータ 9 と黒鉛るつぼ 3 b との間を介して C Z 炉 2 の下方より効率よく排気される。このようにアルゴンガス 7 が整流されることによって、C Z 炉 2 の上部に漂う CO ガス 12 のみならず石英るつぼ 3 a と黒鉛るつぼ 3 b との反応で発生した CO ガス 12 も下方に向かって効率よく排気されるため、溶解中に融液 5 に取り込まれる炭素の量が図 9 の場合と比較して格段に減少する。

【0087】

これにより、引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atom s/cm}^3$ 以下まで低減することができる。

【0088】

なおアルゴンガス 7 の整流作用によってガスが効率的に排気されるため、C Z 炉 2 内のシリコンアモルファス等の不純物も炉外に効率よく排出され、炉内の汚染を従来よりも低減できるという副次的な効果も得られる。

【0089】

また本実施形態では、熱遮蔽体 8 を C Z 炉 2 の内壁に接触させた位置 A に位置

させているので、ガス流によって熱遮蔽体 8 が揺動することが抑制され、安定したガスの流れが形成される。

【0090】

・ 引上げ工程

引上げ工程では、種結晶が融液 5 に浸漬され種結晶を引き上げることでシリコン単結晶のインゴットが生成される。

【0091】

引上げ工程では、熱遮蔽体 8 は、本来の機能を果たすことができる位置、つまり石英るつぼ 3 a 内の融液 5 で発生する輻射熱から、引き上げられるシリコン単結晶を遮蔽できる位置に位置決めされる。溶融工程で A 位置に位置されていた場合には、熱遮蔽体 8 は B 位置まで下降される。

【0092】

引上げの工程では、引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF（酸素誘起積層欠陥）および転位クラスタ（格子間シリコン型転位欠陥）が排除されるように、成長条件 V/G （ V ：成長速度、 G ：結晶の軸方向温度勾配）を調整しつつ、シリコン単結晶が引き上げられる。

【0093】

図 1 の詳細は、後述するが、ここでは図 1 を用いて、シリコン単結晶中の炭素濃度と引上げの際の成長条件 V/G との関係について説明する。図 1 の横軸はシリコン単結晶中の炭素濃度（atoms/cm³）であり、縦軸は $(V/G)_0$ で規格化した成長条件 V/G である。ここで $(V/G)_0$ は、炭素無添加結晶における V/G の臨界値つまり極微量炭素条件でのニュートラルな状態を表す V/G 値である。

【0094】

同図 1 に示すようにシリコン単結晶中の炭素濃度が 3×10^{15} atoms/cm³ 以下になると、無欠陥で結晶を製造できる範囲（無欠陥領域）が急激に拡大することがわかる。それによって縦軸の無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅が拡大される。このため、たとえ結晶成長中に V/G が動的に変化したとしても、引上げ速度 V の許容幅が大きく、成長条件 V/G の制御が容易となる。

【0095】

このため無欠陥のシリコン単結晶の取得率が向上し、無欠陥のシリコン単結晶の製造コストが低減する。この結果、無欠陥のシリコン単結晶を工業的に容易かつ安定して製造することが可能になる。たとえばICおよびLSIの基板として優れたシリコンウェーハを高い歩留まりで製造することができるとともに、ICおよびLSIの製造工程には欠かせないパーティクルモニタ用シリコンウェーハを安価に製造することができる。

【0096】

また本実施形態によれば、単結晶引上げ装置1に既存の熱遮蔽体8を利用し、その位置決めを行うだけで、COガス12が融液5に取り込まれないアルゴンガス7の流れを安定して形成することができ、COガス12を効率よく炉外に排出することができる。このため従来技術6～9と比較して、単結晶引上げ装置1自体の製造コストを減らすことができるとともに、シリコン単結晶中の炭素濃度を安定して低くすることができる。

【0097】

上述した説明では、熱遮蔽体8をCZ炉2の内壁に接触する位置Aまで上昇させているが、必ずしも完全に接触させる必要はなく、図8と同様なガスの流れが実現できるのであれば、熱遮蔽体8の上端とCZ炉2の内壁との距離が0～30mm程度に近接した距離になっていたとしてもよい。

【0098】

また上述した説明では、るつぼ位置C/Pが通常（従来）の熔融工程と同じ位置（図9と同じ位置）であるものとして説明したが、回転軸10を下降させて、るつぼ位置C/Pを通常（従来）の熔融工程よりも低い位置まで下降させて、更にシリコン単結晶中の炭素濃度を低下させてもよい。

【0099】

また上述した説明では、アルゴンガス7の流量については言及しなかったが、アルゴンガス7の流量を通常（従来）の熔融工程で設定される流量よりも増加させることで、更にシリコン単結晶中の炭素濃度を低下させてもよい。

【0100】

図17は、熱遮蔽体8が位置Aに位置されている状態で、るつぼ位置C/P (mm)、アルゴンガス7の流量 (L/min) を変化させたときのシリコン単結晶中の炭素濃度 (atoms/cm³) を示した表である。同図17に示すように。るつぼ位置C/Pをマイナスの位置にするか、ガス流量を増加することで炭素濃度の低減が図られることが確認された。るつぼ位置C/Pを-70 (mm) まで下げ、アルゴンガス7の流量を120 (L/min) まで増加させたときに炭素濃度が 0.01×10^{17} atoms/cm³ となり、最も炭素濃度が減っているのがわかる。

【0101】

つぎに熱遮蔽体8の位置、るつぼ位置C/Pと、ガスの流れ、炭素濃度との関係について図10～図15を参照して説明する。図16は図10～図15の各水準①～⑥に対応させて熱遮蔽体8の位置、るつぼ位置C/P、炭素濃度の低い順位 ((1) ～ (6)) を表で示している。図16に示すように、図13の水準④→図10の水準①→図15の水準⑥→図12の水準③→図14の水準⑤→図11の水準②の順番にシリコン単結晶中の炭素濃度が高くなった。以下炭素濃度が低い順にガスの流れと炭素濃度との関係について説明する。

【0102】

図13は、熱遮蔽体8が位置Aに位置決めされ、るつぼ位置C/Pが-100 (mm) に位置決めされた水準④のガスの流れを示している。同図13に示すように、水準④では、アルゴンガス7がCOガス12とともに、熱遮蔽体8の外側から熱遮蔽体8の上端、内側を介して融液5に向かう流れ、つまり熱遮蔽体8の回りを上下方向に回流する流れは形成されていない。すなわちアルゴンガス7は整流化されている。図13の水準④は全ての水準の中で最もガス流れが層流化しており、石英るつぼ3a内で内側に巻き込む渦も形成されていない。このため水準④は全ての水準の中で最も炭素濃度が低くなっている (炭素濃度順位 (1))

【0103】

図10は、熱遮蔽体8が位置Aに位置決めされ、るつぼ位置C/Pが23 (mm) に位置決めされた水準①のガスの流れを示している。同図10に示すように

、水準①では、アルゴンガス 7 が CO ガス 12 とともに、熱遮蔽体 8 の外側から熱遮蔽体 8 の上端、内側を介して融液 5 に向かう流れ、つまり熱遮蔽体 8 の回りを上下方向に回流する流れは形成されていない。すなわちアルゴンガス 7 は整流化されている。しかし図 10 の水準①は図 13 の水準④と比較して石英るつぼ 3a 内で内側に巻き込む渦が形成されている。このため図 13 の水準④よりも炭素濃度の低減の効果が低くなっている（炭素濃度順位（2））。

【0104】

図 15 は、熱遮蔽体 8 が位置 C に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が -100 (mm) に位置決めされた水準⑥のガスの流れを示している。同様に図 12 は、熱遮蔽体 8 が位置 C に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が 23 (mm) に位置決めされた水準③のガスの流れを示している。

【0105】

これら図 15、図 12 に示すように、水準⑥、③では、アルゴンガス 7 が CO ガス 12 とともに、熱遮蔽体 8 の外側から熱遮蔽体 8 の上端、内側を介して融液 5 に向かう流れ、つまり熱遮蔽体 8 の回りを上下方向に回流する流れは形成されていない。すなわちアルゴンガス 7 は整流化されている。ガスの流れとしては層流的であるといえるが、融液 5 の上方からガスが舞い上がり熱遮蔽体 8 の内側をとおり熱遮蔽体 8 の上方に逆流するガスの流れが形成されているため、水準④、①よりも炭素濃度の低減の効果が低くなっている（水準⑥は炭素濃度順位（3）、水準③は炭素濃度順位（4））。なお、熱遮蔽体 8 が C 位置に位置決めされると熱遮蔽体 8 の上部が保温筒 13 と開口部と接触し、炭素が発生するおそれがある。このため炭素の発生要因を少なくするためにも熱遮蔽体 8 を C 位置に位置決めするのは望ましくない。

【0106】

図 14 は、熱遮蔽体 8 が位置 B に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が -100 (mm) に位置決めされた水準⑤のガスの流れを示している。同様に図 11 は、熱遮蔽体 8 が位置 B に位置決めされ、るつぼ位置 C/P が 23 (mm) に位置決めされた水準②のガスの流れを示している。

【0107】

これら図14、図11に示すように、水準⑤、②では、アルゴンガス7がCOガス12とともに、熱遮蔽体8の外側から熱遮蔽体8の上端、内側を介して融液5に向かう流れ、つまり熱遮蔽体8の回りを上下方向に回流する流れが形成されている。すなわちアルゴンガス7は整流化されていない。このためCOガス12が融液5に取り込まれやすく、炭素濃度が高くなっている（水準⑤は炭素濃度順位（5）、水準②は炭素濃度順位（6））。

【0108】

なお上記各水準①～⑥それぞれについてアルゴンガス7を流量を80（L/min）から100（L/min）に増加させたところ、流量を増加させた場合の方が各水準で炭素濃度が低くなるという結果を得た。

【0109】

以上のことから、シリコン単結晶中の炭素濃度に影響を与えるパラメータには、熱遮蔽体8の位置、るつぼ位置C/P、アルゴンガス7の流量があり、図13（水準④）に示すように、熱遮蔽体8の位置をCZ炉2の内壁に接触する位置AかCZ炉2の内壁に近接させた位置に位置させ、かつるつぼ位置C/Pをマイナスの位置つまり黒鉛るつぼ3bの上端がヒータ9の上端よりも下方にある位置に位置させ、更にアルゴンガス7の流量を増加させることで、炭素濃度を最も低下させることができることがわかった。ただし重要なパラメータは、熱遮蔽体8の位置であり、図13（水準④）、図10（水準①）に示すように、るつぼ位置C/Pに関係なく、熱遮蔽体8の位置をCZ炉2の内壁に接触する位置AかCZ炉2の内壁に近接させた位置に位置させることで、炭素濃度を低下させることができることがわかった。

【0110】

なお上述した説明では、熔融工程のうちゲートバルブ11が閉じられた状態のときに、図8ないしは図13（水準④）ないしは図10（水準①）で示される位置に、熱遮蔽体8、るつぼ3a、3bが位置決めされる場合を想定したが、熔融工程のうちゲートバルブ11が閉じられていない状態のときに、図8ないしは図13（水準④）ないしは図10（水準①）で示される位置に、熱遮蔽体8、るつぼ3a、3bを位置決めしてもよい。さらに熔融工程以外の工程で、同様に位置

決めを行うようにしてもよい。

【0111】

シリコン単結晶中の炭素濃度を低下させる手段、手法は、上述した従来技術 6～9 を併用してもよい。たとえば黒鉛るつば 3b、ヒータ 9、熱遮蔽体 8 などの高温に晒される黒鉛部材を SiC で被覆して、CO ガス 12 の発生自体を抑制してもよい。

【0112】

つぎに図 1～図 4 を用いてシリコン単結晶中の炭素濃度と成長条件 V/G との関係について考察する。

【0113】

図 2 は、石英るつば 3a の直径が 22 インチの単結晶引上げ装置 1 を用いて、結晶の直径が 200 mm で炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶を引き上げた場合の実験結果であり、成長速度 V を変化させたときの結晶内の欠陥種の分布を示している。実験では成長速度 V を徐々に低下させてシリコン単結晶を得た。図 3 は、炭素濃度を図 2 よりも $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ と更に低下させた他は、図 2 と同じ条件で結晶内の欠陥種の分布を調べた結果を示している。

【0114】

図 2、図 3 の横軸は成長速度 V (mm/min) であり、縦軸は結晶の中心からの距離 (半径方向位置) (mm) である。

【0115】

実験では結晶の各位置における欠陥種の分布を、酸素析出熱処理後の X 線トポグラフ法、銅デコレーション後の X 線トポグラフ法、Secco エッチング法の併用により、判定、評価した。図 2 のシリコン単結晶中の炭素濃度 ($3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$) は、厚さ 2 mm のサンプルを用いて、FTIR 法により測定した。また図 3 のシリコン単結晶中の炭素濃度 ($6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$) は、放射化分析により評価、測定した。

【0116】

図 2、図 3 に示すように、横軸位置、縦軸位置に対応させて各欠陥種が顕れる

。それらはボイド欠陥が顕れるボイド欠陥領域であり、OSFのリングであるR-OSFが顕れるOSFリング領域であり、転位クラスタが顕れる転位クラスタ領域である。無欠陥結晶が得られる無欠陥領域は、転位クラスタ領域とボイド欠陥領域との間に顕れる。無欠陥領域は空孔型無欠陥領域と格子間シリコン型無欠陥領域とに分けられ、それらのニュートラルな境界は破線で示している。

【0117】

図2と図3を比較すると、図2よりも炭素濃度が低く極低炭素濃度 ($6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$) となっている図3の方が、無欠陥領域に対応する成長速度Vの幅が著しく拡大しているのがわかる。図2では結晶の半径方向の全領域で無欠陥となるような成長速度Vは存在せず、成長速度Vを一定とすれば必ずいずれかの欠陥が結晶の半径方向のどこかには存在することになる。しかし図3では極低炭素化によって無欠陥領域に対応する成長速度Vの幅が著しく拡大されており、成長速度Vを多少変化させたとしても結晶の半径方向の全領域で無欠陥となる。

【0118】

つぎに炭素濃度と欠陥種との関係を調べるために、炭素濃度がそれぞれ $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $6 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶を育成し、図2、図3に示す実験と同様な評価を行った。ここで高炭素濃度 $6 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶は、炭素を故意にドーピングすることで取得したものであり、低炭素濃度 $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ 、 $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ のシリコン単結晶は、図5に示す実施形態装置1を用いCOガス12を効率的に排出することによって取得したものである。

【0119】

図4に示す表は実験結果を示しており、各炭素濃度に対応させて各欠陥種が変化する境界における $(V/G) / (V/G)_0$ 値を示している。図4では、低成長速度V側のOSF境界 α 、ニュートラル位置 β 、転位クラスタ発生境界 γ の $(V/G) / (V/G)_0$ 値を示している。ここで低成長速度V側のOSF境界 α とはOSFリング領域と無欠陥領域との境界のことであり、ニュートラル位置 β とは無

欠陥領域中で空孔型無欠陥領域と格子間シリコン型無欠陥領域とを分ける境界のことであり、転位クラスタ発生境界 γ とは無欠陥領域と転位クラスタ領域との境界のことである。

【0120】

なお $(V/G) / (V/G)_0$ は、前述したように V/G_0 で規格化した成長条件 V/G であり、 V/G_0 は極微量炭素条件でのニュートラル状態を表す V/G 値である。 G は前述した本発明者らに係る特許文献 5 に開示された方法を用いて計算により求めた。

【0121】

図 1 は、図 4 に表として示される実験結果を、炭素濃度 (atoms/cm^3)、規格化した成長条件 $(V/G) / (V/G)_0$ に対応させて欠陥種の分布として表したものである。前述したようにシリコン単結晶中の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下になると急激に、無欠陥のシリコン単結晶が得られる成長条件 V/G の幅が拡大しているのがわかる。

【0122】

なお上述した説明では、図 5 に示す引上げ装置 1 を用い効率的に CO ガス 12 を排出することにより炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下に低下させているが、この技術を適用することなく従来技術 6～9 に示される従来技術のみを適用して炭素濃度を低下させてもよい。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

図 1 は炭素濃度と成長条件とに対応させて欠陥種の分布を表したグラフである。

【図 2】

図 2 は成長速度（引上げ速度）と結晶の中心からの距離とに対応させて欠陥種の分布を表したグラフであり、炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ の場合のグラフである。

【図 3】

図 3 は成長速度（引上げ速度）と結晶の中心からの距離とに対応させて欠陥種

の分布を表したグラフであり、炭素濃度が $6 \times 10^{14} \text{ atoms/cm}^3$ の場合のグラフである。

【図 4】

図 4 は各炭素濃度に対応させて各欠陥種が変化する境界における $(V/G) / (V/G)_0$ 値を示した表である。

【図 5】

図 5 は実施形態の装置構成を示す側面図である。

【図 6】

図 6 は熱遮蔽体の斜視図である。

【図 7】

図 7 は熱遮蔽体を昇降させる機構を示す図である。

【図 8】

図 8 は実施形態のガスの流れを示す図である。

【図 9】

図 9 は従来のガスの流れを示す図である。

【図 10】

図 10 は水準①の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

【図 11】

図 11 は水準②の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

【図 12】

図 12 は水準③の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

【図 13】

図 13 は水準④の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

【図 14】

図 14 は水準⑤の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

【図 15】

図 15 は水準⑥の位置決めがなされたときのガスの流れを示す図である。

【図 16】

図 16 は図 10 ～ 図 15 の各水準①～⑥に対応させて、熱遮蔽体の位置、るつ

は位置と炭素濃度の低い順位（（１）～（６））を示した表である。

【図 17】

図 17 はガス流量とるつば位置と炭素濃度との関係を示した表である。

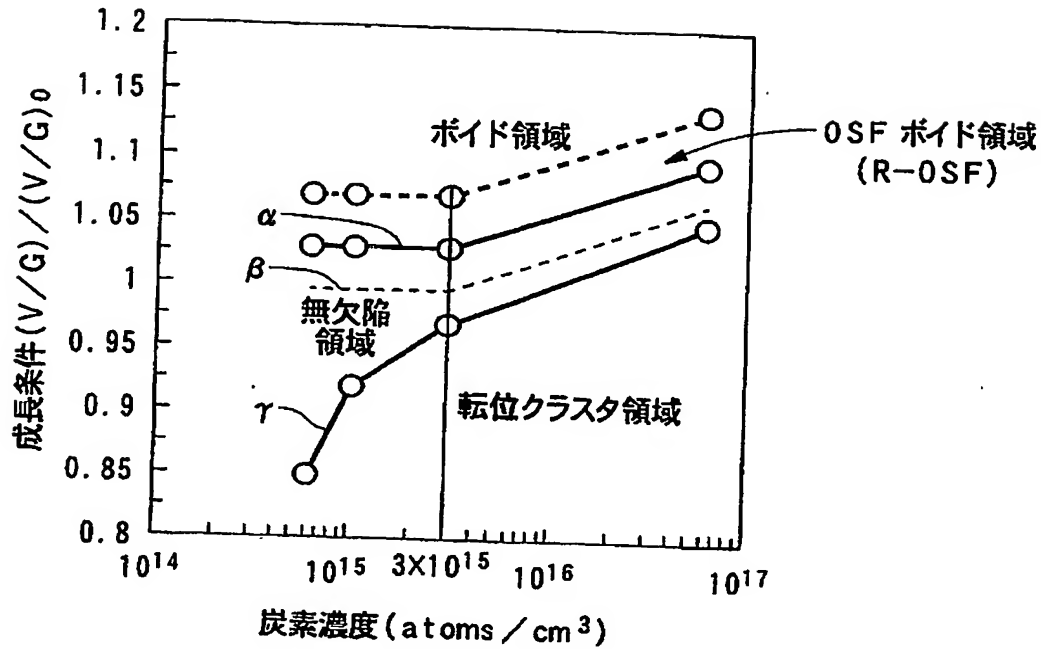
【符号の説明】

- 1 単結晶引上げ装置
- 2 単結晶引上げ用チャンバ（CZ 炉）
- 3 a 石英るつば
- 3 b 黒鉛るつば
- 5 融液
- 7 アルゴンガス
- 9 ヒータ
- 10 回転軸
- 11 ゲートバルブ
- 12 CO ガス

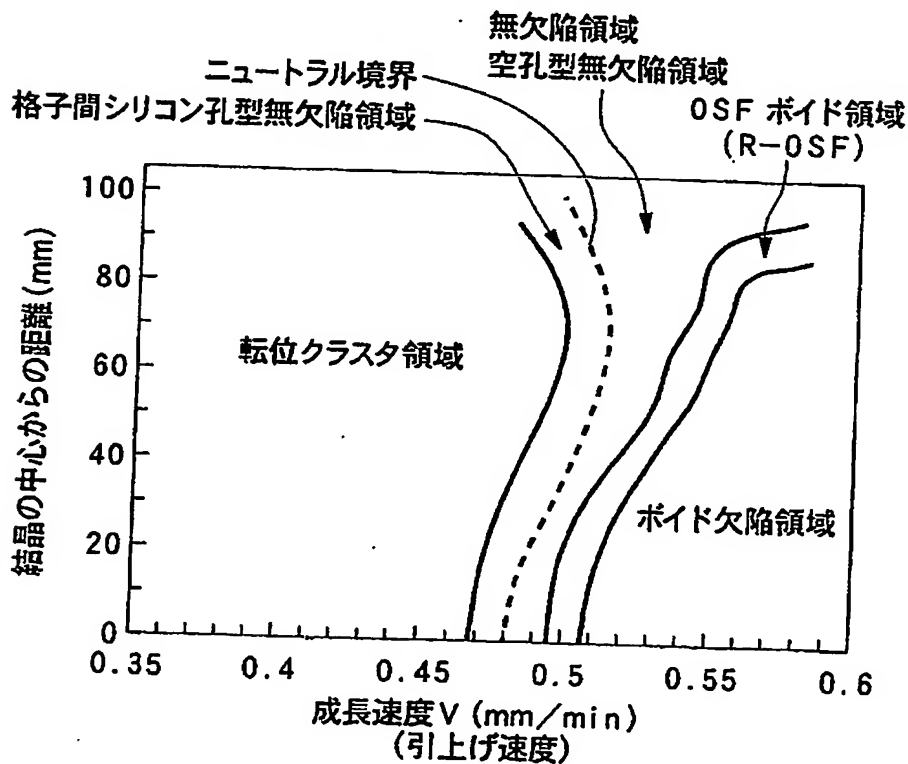
【書類名】

図面

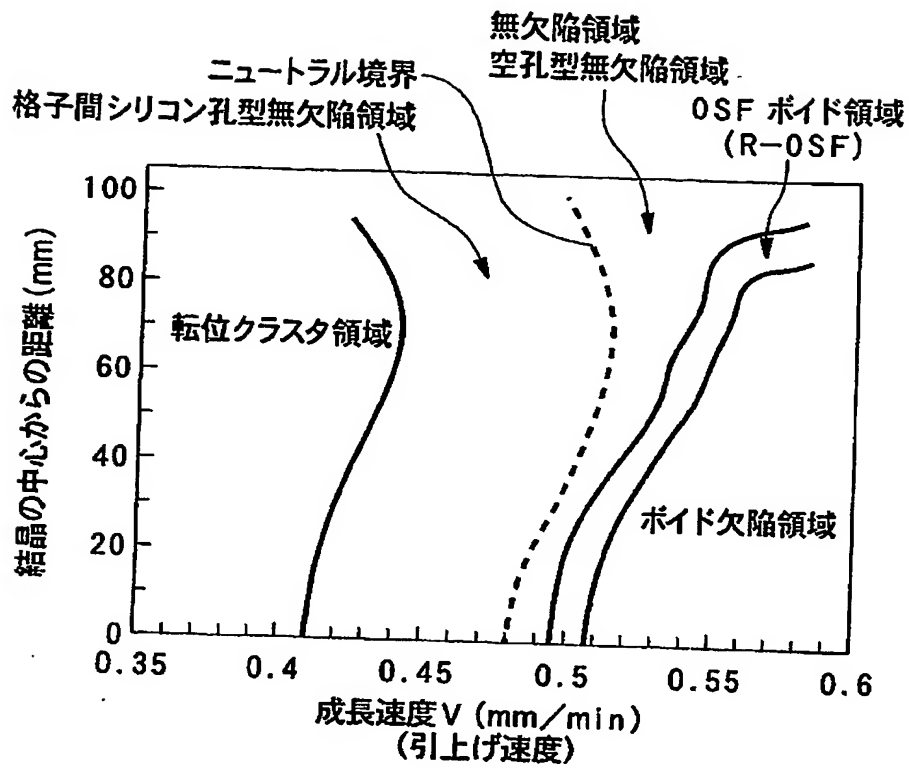
【図 1】



【図 2】



【図 3】

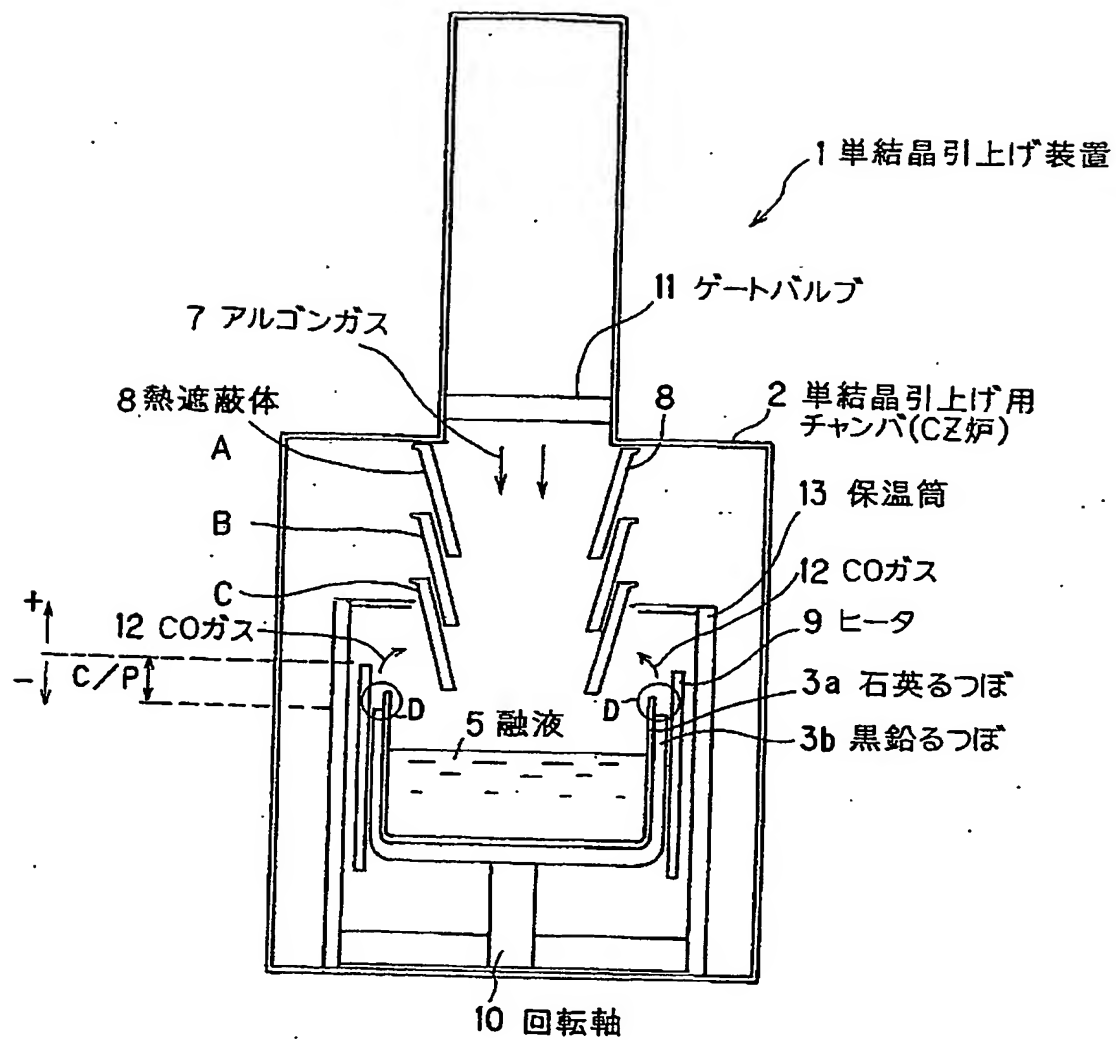


【図 4】

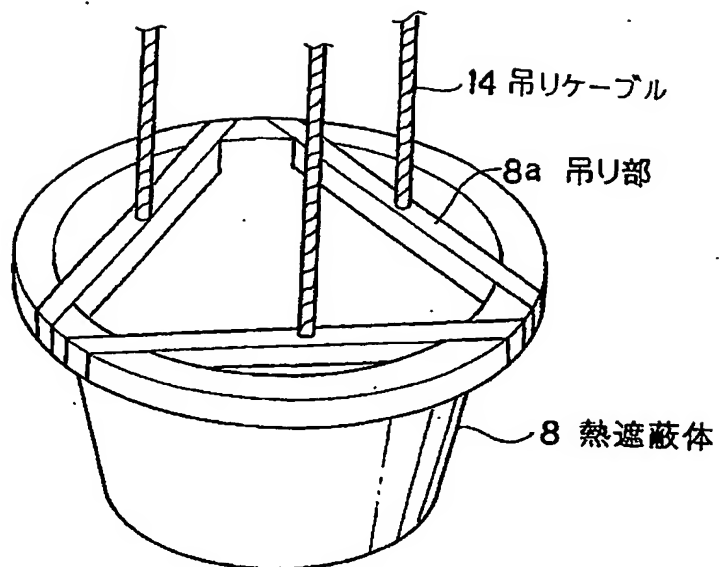
炭素濃度と欠陥種が変化する境界となる $(V/G)/(V/G)_0$ との関係

炭素濃度 (atoms/cm ³)	OSF 境界 α (低V側)	ニュートラル位置 β	転位クラスター発生境界 γ
6×10^{14}	1.03	1.00	0.85
1×10^{15}	1.03	1.00	0.92
3×10^{15}	1.03	1.00	0.97
6×10^{16}	1.095	1.07	1.05

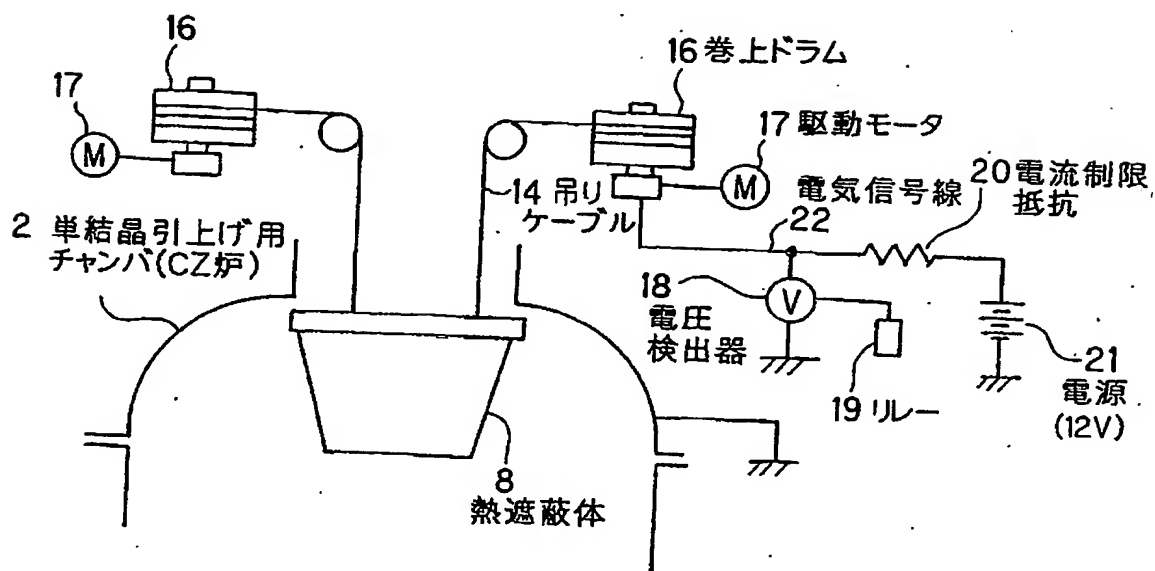
【図 5】



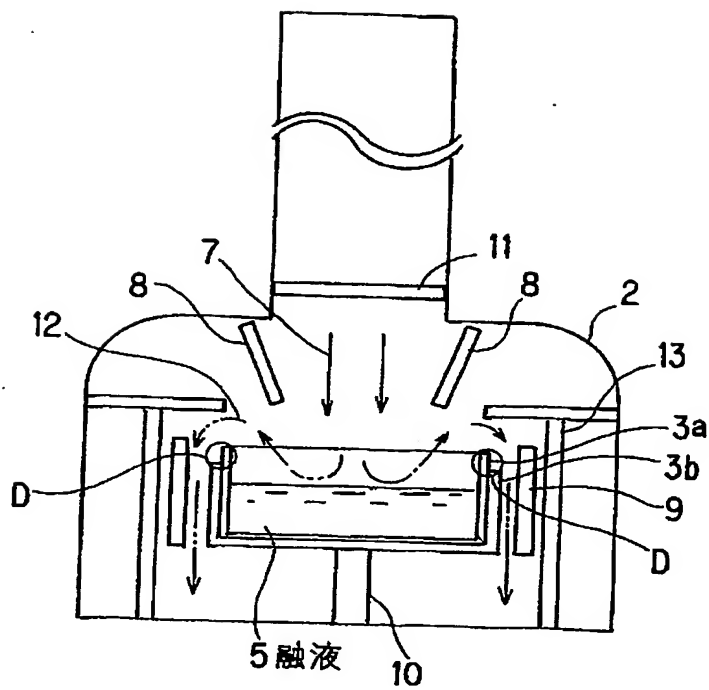
【図 6】



【図 7】

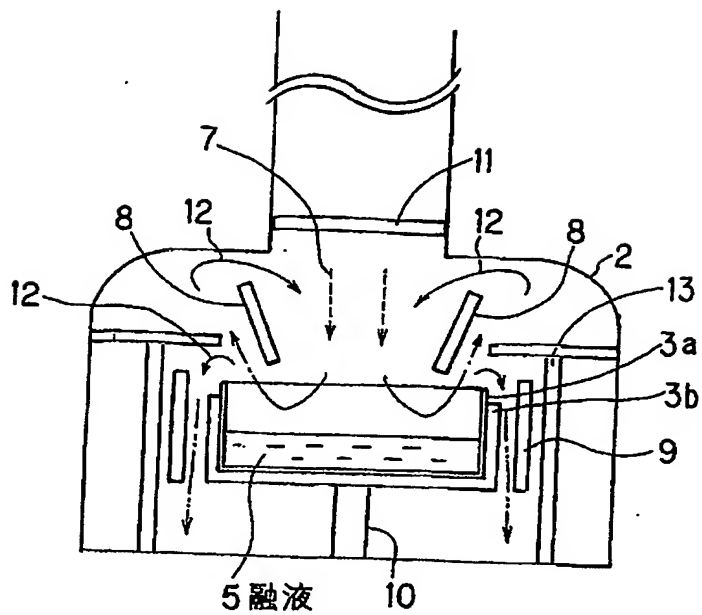


【図 8】

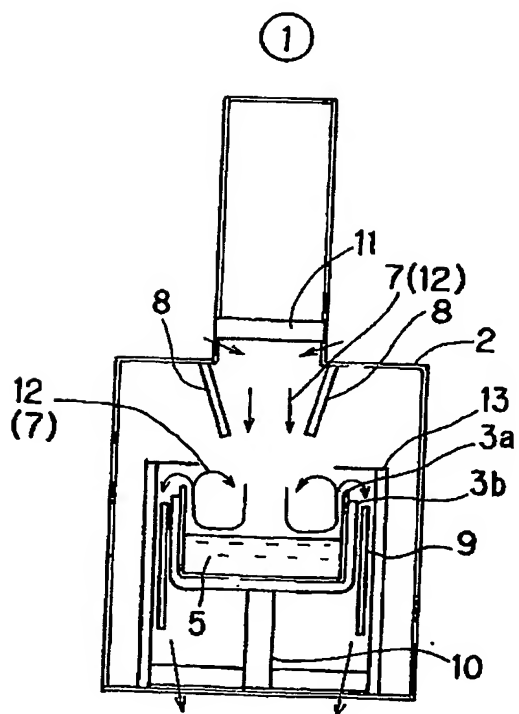


【図 9】

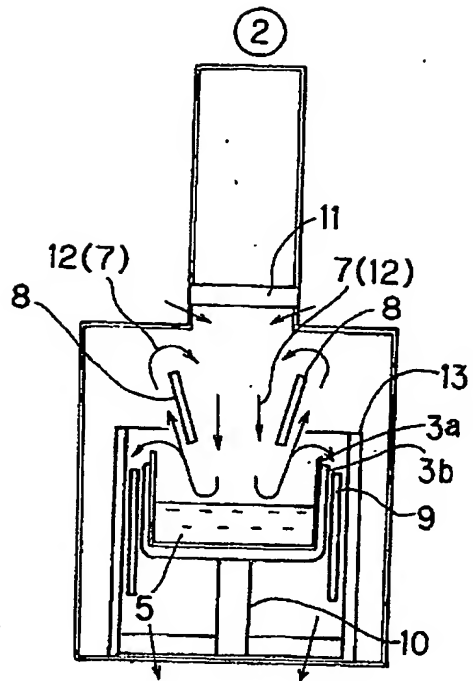
従来技術



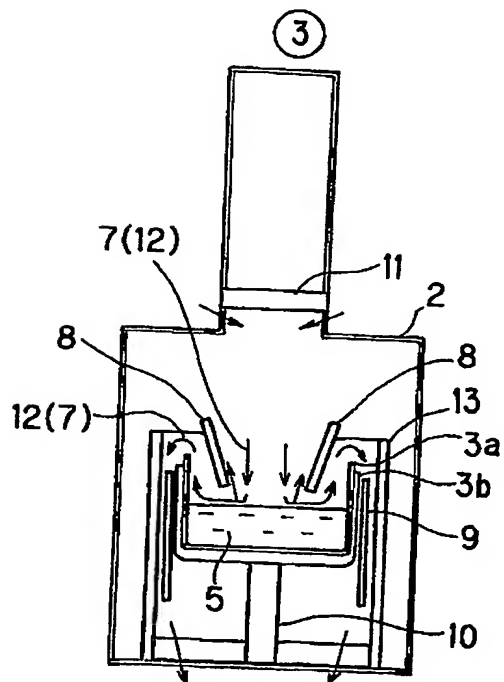
【図 10】



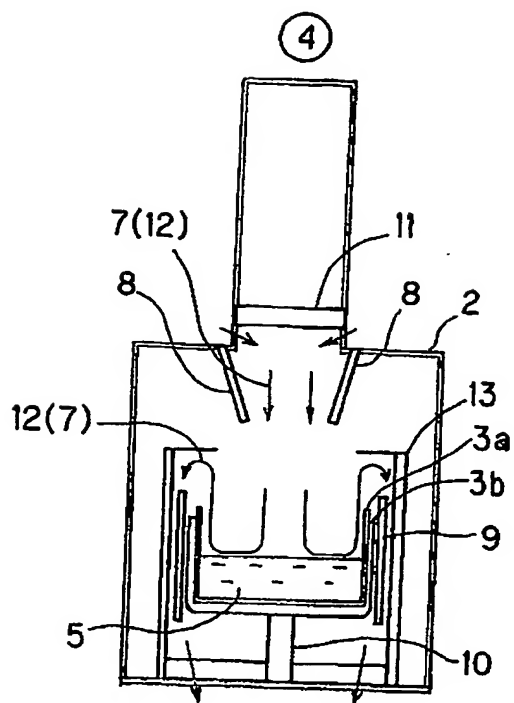
【図 1 1】



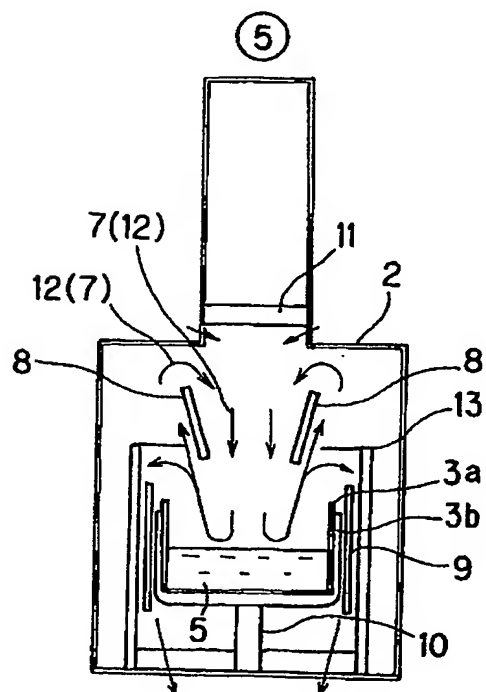
【図 1 2】



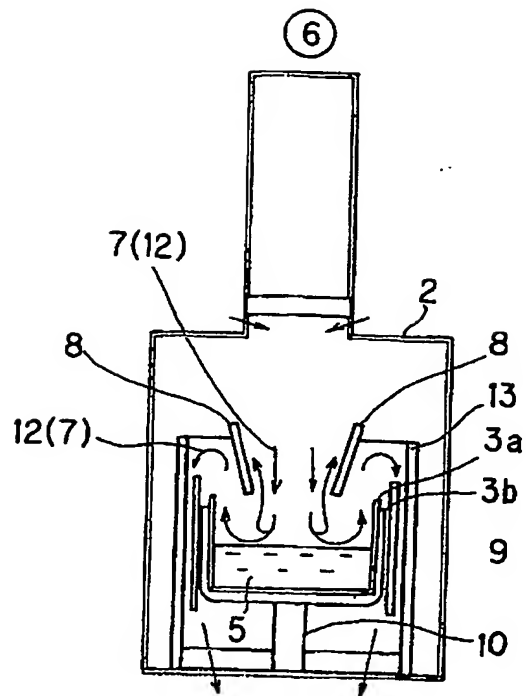
【図 13】



【図 14】



【図15】



【図16】

水準	熱遮蔽体位置	るつぼ位置 C_P	炭素濃度順位 (低い順)
①	A	23	(2)
②	B	23	(6)
③	C	23	(4)
④	A	-100	(1)
⑤	B	-100	(5)
⑥	C	-100	(3)

【図 17】

		炭素濃度[E17atoms/cm3]	
るつぼ位置 C/P(mm)	ガス流量 (L/min)	80	120
30		0.08~0.09	0.03
-70		0.02	0.01

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G の許容幅を拡大して、たとえ結晶成長中に V/G が動的に変化したとしても、成長条件 V/G の制御を容易ならしめ、無欠陥の結晶の取得率を向上させて、結晶の製造コストを低減して、無欠陥のシリコン単結晶を工業的に容易かつ安定して製造することを可能にする。さらに引上げ装置の製造コストを低減する。

【解決手段】

シリコン単結晶中の炭素濃度が $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下になると、無欠陥の結晶が得られる成長条件 V/G (V : 成長速度、 G : 結晶の軸方向温度勾配) の幅が急激に拡大する。CZ炉2に既存の熱遮蔽体8がCZ炉2の内壁に接触する位置Aに位置決めされ、引き上げられるシリコン単結晶内の炭素濃度を $3 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下に低減させる。引上げの工程では、引き上げられるシリコン単結晶からボイド欠陥、OSF (酸素誘起積層欠陥) および転位クラスタ (格子間シリコン型転位欠陥) が排除されるように、成長条件 V/G を調整しつつ、シリコン単結晶が引き上げられる。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-046411
受付番号	50300294855
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成15年 3月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成15年 2月24日
【特許出願人】	
【識別番号】	000184713
【住所又は居所】	神奈川県平塚市四之宮3丁目25番1号
【氏名又は名称】	コマツ電子金属株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100071054
【住所又は居所】	東京都中央区湊1丁目8番11号 千代ビル6階 木村内外国特許事務所
【氏名又は名称】	木村 高久
【代理人】	
【識別番号】	100106068
【住所又は居所】	東京都中央区湊1丁目8番11号 千代ビル6階 木村内外国特許事務所
【氏名又は名称】	小幡 義之

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 4 6 4 1 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 4 7 1 3]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 2 月 1 5 日

[変更理由]

住所変更

住 所

神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号

氏 名

コマツ電子金属株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.